

DERWENT-ACC-NO: 1978-05293A

DERWENT-WEEK: 197803

COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: PTFE tube prodn. from film - by
winding around a core together with a fluorocarbon polymer
layer, heating inside a sheath and removing the
sheath and core

PATENT-ASSIGNEE: NITTO ELECTRIC IND CO[NITL]

PRIORITY-DATA: 1976JP-0061463 (May 26, 1976)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PAGES	PUB-DATE	
LANGUAGE		MAIN-IPC	
JP 52144073 A		December 1, 1977	N/A
000	N/A		
JP 80036493 B		September 20, 1980	N/A
000	N/A		

INT-CL (IPC): B29D009/00, B29D023/01 , B32B027/30

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 52144073A

BASIC-ABSTRACT:

PTFE tubular mouldings are produced by winding composite films comprising baked PTFE, opt. drawn by 1.1-3.0 times in the longitudinal direction, and fluorocarbon polymer layer fusing and adhering to the PTFE film formed on at least one side of the PTFE film, around the surface of heat-resisting core materials (e.g. cylindrical or rod-like metals, ceramics) in such a manner that the polymer film faces inside; sheathing the films with materials having smaller coefficients of thermal expansion than PTFE (e.g. stainless sheet,

aluminium sheet, glass cloth); heating the wound materials at above the m. pt. of PTFE so as to adhere the polymer film to the PTFE film; cooling them; and removing the sheath materials and the heat-resisting core.

DERWENT-CLASS: A14 A32 P73

CPI-CODES: A04-E08; A04-E10; A11-B08B; A12-H02;

⑱日本国特許庁

①特許出願公開

公開特許公報

昭52—144073

⑤Int. Cl.²
B 29 D 23/01

識別記号

⑥日本分類
25(5) M 3

庁内整理番号
7523—37

④公開 昭和52年(1977)12月1日

発明の数 1
審査請求 有

(全 5 頁)

④管体の製造方法

日東電気工業株式会社内

②特 願 昭51—61463

②出 願 昭51(1976)5月26日

⑦発 明 者 荒木俊雄

茨木市下穂積1丁目1番2号

⑦発 明 者 森山康弘

茨木市下穂積1丁目1番2号

日東電気工業株式会社内

⑦出 願 人 日東電気工業株式会社

茨木市下穂積1丁目1番2号

明 細 書

1. 発明の名称

管体の製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) 焼成ポリテトラフルオロエチレンフィルムの少なくとも片面に該フィルムと熱融着しうるフルオロカーボン重合体層を設けて成る複合フィルムを、フルオロカーボン重合体層が内側になるように耐熱性芯体に巻回し、更にその上を該ポリテトラフルオロエチレンよりも熱膨張係数の小さな被覆材により被覆緊締し、次いで該ポリテトラフルオロエチレンの融点以上に加熱し、前記複合フィルムを融着一体化した後冷却し、被覆材および耐熱性芯体を取り除くことを特徴とする管体の製造方法。

(2) 焼成ポリテトラフルオロエチレンフィルムとして、長さ方向に1.1～3.0倍延伸されたフィルムを用いる特許請求の範囲第1項記載の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明はポリテトラフルオロエチレン（以下、

PTFE と称す）フィルムの片面または両面に該フィルムと熱融着しうるフルオロカーボン重合体（以下、重合体と称す）層を設けて成る複合フィルムを用いて管体を製造する方法に関するものである。

PTFE製管状体の製造方法としては特公昭43—11555号公報記載の方法が知られている。該方法は耐熱性芯体にPTFEテープまたはフィルムを巻き付け、更にその外側を熱膨張係数の比較的小さい、なじみ易く、熱間強度、耐熱性を具備する材料で強く被覆し、そのままPTFEの転移点以上で焼結し、外被を取り除いて管体を形成することを特徴とするものである。しかしながら、この方法によって管状体を製造する場合、PTFEの熔融粘度が高く加熱焼結時においても熔融したPTFEが流動し難いため得られる管状体の壁面を平滑にすることが困難で、耐熱性芯体にPTFEテープまたはフィルムを重ね巻きした重層部において段差ができてしまう。このようにして得られた壁面が平滑でない管状体を例えば硫酸等の液体

流通管の内面ライニングに用いたときは、液体の円滑な流れを乱し流通効率の低下を招くという不都合がある。

また、他の方法例えば、PTFE フィルムを耐熱性芯体に巻き付けた後、金型中に入れ加圧加熱して管状体を形成する方法も行なわれているが、複雑且つ高価な装置を必要とし、また工程も煩雑である。

本発明者達は上記従来法の如き欠点のない製造方法を提供するため種々検討の結果、焼成 PTFE フィルムをベースフィルムとし該フィルムの片面または両面に該フィルムと熱融着しうる重合体層を設けて成る複合フィルムを用い、該複合フィルムの重合体層が内側になるように耐熱性芯体に巻回し、更にその上を特定の被覆材で被覆緊締した後、PTFE の融点以上に加熱すれば重合体層が熔融流動し、複合フィルム巻回による段差部が平坦化され得られる管体の内壁面または内外両壁面を平滑にできること、またベースフィルムとして長さ方向に特定範囲の倍率に延伸された焼成 PTFE

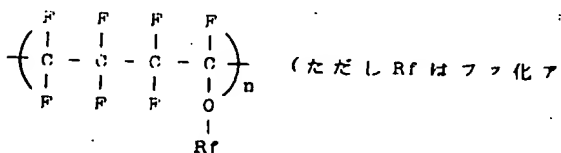
フィルムを用いて得た複合フィルムを使用して作業し、該複合フィルムを融着一体化して冷却すれば驚ろくべきことに芯体外壁面と形成された管体内壁面の間には隙間が生じ、上記従来法の如き再加熱工程を経ることなく芯体と管体を隔離できることを見出し本発明を完成するに至ったものである。

即ち、本発明に係る管体の製造方法は、焼成 PTFE フィルムの少なくとも片面に該フィルムと熱融着しうる重合体層を設けて成る複合フィルムを、重合体層が内側になるように耐熱性芯体に巻回し、更にその上を該 PTFE よりも熱膨張係数の小さな被覆材により被覆緊締し、次いで該 PTFE の融点以上に加熱し、前記複合フィルムを融着一体化した後冷却し、被覆材および耐熱性芯体を取り除くことを特徴とするものである。

本発明に用いる複合フィルムは、焼成 PTFE フィルムをベースフィルムとし、該ベースフィルムの片面または両面に前記焼成 PTFE フィルムと熱融着しうる重合体層を設けて成るものであり、

- (1) 焼成 PTFE フィルムの少なくとも片面に重合体フィルムを接合、融着により積層する方法、
- (2) 焼成 PTFE フィルムの少なくとも片面に重合体のデイスパージョンを塗布し乾燥焼成させる方法等により得られる、該複合フィルムにおける PTFE 層の厚さは通常約 0.01 ~ 0.5 mm 程度であり、重合体層の厚さは上記 (1) の方法による場合は通常約 0.025 ~ 0.2 mm 程度であり、(2) の方法では通常約 0.005 ~ 0.02 mm 程度である。

なお、焼成 PTFE フィルムの片面または両面に設ける重合体層は、融点以上の温度で容易に流動し且つ焼成 PTFE フィルムと熱融着しうるテトラフルオロエチレン-ヘキサフルオロプロピレン共重合体（以下、FEP と称す）または一般式



（以下、PPA と称す）で表わされる重合体により形成される。

また、本発明に用いる複合フィルムのベースフィルムとしての焼成 PTFE フィルムを、長さ方向に 1.1 ~ 3.0 倍延伸されたものとすれば、理由は明確ではないが加熱融着後の冷却工程において耐熱性芯体外壁面と形成された管体内壁面との間に隙間（耐熱性芯体の外径寸法の約 0.1 ~ 6 %）を生ぜしめることができ、冷却後再加熱することなくただちに耐熱性芯体を引き出し芯体と管体を隔離することができるので特に好ましい。焼成 PTFE フィルムの延伸倍率が 1.1 倍以下では隙間が生ぜず延伸によるメリットがなく、3.0 倍を越すと加熱融着時に複合フィルムが破断し管体が得られない。

本発明において、複合フィルムのベースフィルムとして長さ方向に 1.1 ~ 3.0 倍延伸されたフィルムを用いる場合には、該フィルムの少なくとも片面に設けられる重合体層が長さ方向に 4.5 倍以下に延伸されていてもよい。

なお、複合フィルムを構成する焼成 PTFE フィルム層および重合体層の双方が延伸されている場

合、双方の延伸倍率は必ずしも同じである必要はなく、各々の延伸倍率が上記特定範囲内であれば延伸倍率が各層で異なってもかまわない。

上記複合フィルムを巻回する耐熱性芯体は、複合フィルムを加熱融着させる際の加熱により損傷されることのない耐熱性を要求され、具体的には金属、陶磁器等の筒状体、棒状体が挙げられる。該芯体の外壁面はシリコン樹脂等を塗布乾燥する等の手段により離型処理を施しておくのが好ましい。

耐熱性芯体に複合フィルムを巻回するにはラップ巻き、すし巻き等によって重合体層が芯体外壁面と接触するようにして所望厚さに巻回すればよい。勿論、複数枚の複合フィルムを重ねて同時に巻回することもできる。なお、芯体に巻回した複合フィルムの末端はフリーな状態にしておいてもかまわないが、次の作業をし易くするため接着剤、粘着テープ等で仮着するのが好ましい。

また、耐熱性芯体に巻回された複合フィルム上に被覆緊締する被覆材としては、ステンレスシ-

ト、アルミニウムシート等の金属製シート、或いはガラスクロス等の耐熱性を有し、且つPTFEよりも熱膨張係数の小さなものが用いられる。該被覆材の複合フィルムとの接触面は前記耐熱性芯体と同様な離型処理を施すのが好ましい。

上記被覆材による複合フィルムの被覆緊締は、被覆材の末端をホッチキス、クリップ等の止具で固定するか、被覆材上に耐熱性粘着テープ例えばポリイミドフィルムにシリコン系粘着剤を塗布した粘着テープ等を巻回する等の方法により行なう。

本発明は、耐熱性芯体に巻回した複合フィルム上に被覆材によって被覆緊締した後、PTFEの融点以上に加熱し、該加熱により複合フィルムの重合体層を熔融流動させて複合フィルム巻回による段差部を埋め合わせて平坦化して平滑にすると共に、PTFE層の熱膨張を被覆材による緊締により圧力に変えて複合フィルムを融着一体化して管体を得るものであり、更に複合フィルムのベースフィルムとして長さ方向に特定倍率に延伸された

焼成PTFEフィルムを用いた場合は管体を形成して冷却した後、再加熱することなくただちに芯体と管体を隔離することができるものである。なお、複合フィルムを融着一体化させるのに要する時間は加熱温度、フィルムの巻回数、耐熱性芯体の径等によって異なるが通常約10～100分程度である。また、融着一体化後の冷却は水中浸漬、冷気吹きつけ、放冷等により行なわれる。

本発明は上記のように構成されており、特別な成形装置は不要であり、焼成PTFEフィルムの少なくとも片面に重合体層を予め設けた複合フィルムを芯体に巻回するようにしてあるので、フィルムの芯体への巻回作業は容易且つ迅速にでき、また耐熱性芯体の外径、該芯体上に巻回する複合フィルムの厚さ、巻回数を適宜選択すれば管体の口径、肉厚を自在に調節しうる。更に複合フィルムのベースフィルムとして長さ方向に1.1～3.0倍延伸された焼成PTFEフィルムを用いた場合は、加熱融着後の冷却工程において芯体外壁面と形成された管体内壁面の間に隙間を生ぜしめることが

できるので、従来法のように再加熱する必要がない等の特徴を有する。なお、得られる管体は加熱融着時に重合体層が熔融流動し、複合フィルム巻回による段差部が平坦化されるので内壁面が平滑になり、流体流通用金属管の内面ライニング用として好適で流体の流れを乱すようなことが全くなく、しかも焼成PTFEフィルムの両面に重合体層を設けた管体は内面ライニング時に重合体層がバインダーとして作用し金属管等の被覆体に強固に接着しうる等の特徴を有する。

以下、実施例により本発明を更に詳細に説明するが、いずれも本発明を限定するものではない。

実施例 1

幅100mm、厚さ0.13mm、線膨張係数 140×10^{-6} の焼成PTFEフィルムの片面にFEPディスパーションを塗布し、360℃で2分間乾燥焼成して得た複合フィルム(FEP層の厚さ0.02mm)を、シリコン樹脂(東芝シリコン株式会社製TSM-630)を塗布乾燥して外壁面を離型処理した鋼

鉄製パイプ状耐熱性芯体（外径48mm、肉厚3mm、長さ500mm）にFEP膜が内側になるようにハーフラップで3層巻きした後、前記芯体の離型処理に用いたのと同じシリコン樹脂によって片面を離型処理したステンレスシート（幅500mm、長さ180mm、厚さ0.025mm、線膨張係数 $18 \times 10^{-4}/^{\circ}\text{C}$ ）を離型処理面が複合フィルムと接触するようにすし巻きし、更にガラスクロス（幅100mm、厚さ0.13mm）をハーフラップで1層巻きし、該ガラスクロスが巻き解けないように耐熱性粘着テープを巻いて緊締する。次に350℃に保たれた電気炉中で60分間加熱して融着一体化して管状とし、電気炉から取り出して18℃の水中に5分間浸漬し冷却した後水中より引き上げる。次いで、耐熱性粘着テープ、ガラスクロス、ステンレスシートを取り除いた後、250℃の電気炉中に入れて再加熱し芯体を引き出して両者を分離し、空气中で放冷した。更に両端を各々4mm切り落とし、内径48mm、肉厚0.90mm、長さ420mmの管体を得た。該管体の内壁面に段差はなく平滑で、肉厚のバラツキも殆

どなかった。フで3層巻きした後、実施例1と同様に作業したところ、芯体外壁面と形成された管体内壁面の間には約0.7mmの隙間が生じ、再加熱することなく両者を分離することができた。なお、管体は内径48.7mm、肉厚0.66mm、長さ420mm（両端各4mm切り落した）であり、内外壁面に段差はなく平滑で、肉厚のバラツキも殆んどなかった。

実施例4

幅50mm、厚さ0.12mmの焼成PTFEフィルムをロール延伸により長さ方向に2.0倍延伸した焼成PTFEフィルム（幅50mm、厚さ0.06mm）の片面に未延伸のFEPフィルム（幅50mm、厚さ0.05mm）を融着した複合フィルムを用い、実施例1と同様に作業し該複合フィルムを融着一体化して冷却したところ、芯体外壁面と形成された管体内壁面の間には約0.7mmの隙間が生じ、再加熱することなく両者を分離することができた。なお、管体は内径48.7mm、肉厚0.66mm、長さ420mm（両端各4mm切り落した）であり、内壁面に段差はなく平滑で、肉厚のバラツキも殆んどなかった。

んどなかった。

実施例2

幅100mm、厚さ0.13mmの焼成PTFEフィルムの両面にFEPディスペーションを塗布し、360℃で2分間乾燥焼成して得た3層構造の複合フィルム（FEP膜の厚さ各0.02mm）を実施例1と同様な芯体にハーフラップで3層巻きした後、実施例1と同様に作業し、内径48mm、肉厚1.02mm、長さ420mm（両端各4mm切り落した）の管体を得た。該管体は内外壁面に段差はなく平滑で、肉厚のバラツキも殆んどなかった。

実施例3

幅50mm、厚さ0.2mmの焼成PTFEフィルムの両面にFEPディスペーションを塗布し、360℃で2分間乾燥^{乾燥}焼成し、更に長さ方向に2倍延伸して得た3層構造の複合フィルム（幅50mm、PTFE層の厚さ0.1mm、FEP膜の厚さ各0.001mm）を、実施例1と同様な芯体にオーバーラップさせることなくスパイラル状に1層巻回した未延伸のFEPフィルム（幅50mm、厚さ0.05mm）上にハーフラ

実施例5

幅50mm、厚さ0.56mmの焼成PTFEフィルムの片面に厚さ0.14mmのPFAフィルムを接合させた未延伸複合フィルムを長さ方向に2.8倍延伸して得た延伸複合フィルム（幅50mm、PTFE膜の厚さ0.2mm、PFA膜の厚さ0.05mm）を用い、実施例1と同様に作業したところ冷却後には芯体外壁面と管体内壁面の間には約1.5mmの隙間が生じ、再加熱することなく両者を分離することができた。なお、管体は内径49.5mm、肉厚1.5mm、長さ420mm（両端各4mm切り落した）であり、内壁面に段差はなく平滑で、肉厚のバラツキも殆んどなかった。

実施例6

幅50mm、厚さ0.4mmの焼成PTFEフィルムを長さ方向に2倍延伸した延伸PTFEフィルム（幅50mm、厚さ0.2mm）をヒートセットし、次にその両面にFEPフィルム（厚さ0.1mm）を融着して得た3層構造の複合フィルムを実施例1で用いたと同様の芯体にハーフラップで1層巻きした後、

実施例1と同様に作業したところ冷却後には芯体外壁面と管体内壁面の間には約0.7mmの隙間が生じ、再加熱することなく両者を隔離することができた。管体の内外両壁面に段差はなく平滑で、肉厚のパラッキは殆んどなかった。なお、該管体は内径48.7mm、肉厚0.8mm、長さ420mm（両端を各々4mm切り落した）であった。

実施例7

幅50mm、厚さ0.2mmの焼成PTFEフィルムの両面にFEPディスパージョンを塗布し、360℃で2分間乾燥し、次いで長さ方向に2倍延伸して得た複合フィルム（幅50mm、PTFE層の厚さ0.1mm、FEP層の厚さ各0.02mm）を用い、実施例1と同様に作業したところ冷却後には芯体外壁面と管体内壁面の間には約0.7mmの隙間が生じ、再加熱することなく両者を隔離することができた。得られた管体の内外両壁面に段差はなく平滑で、肉厚のパラッキは殆んどなかった。なお、該管体は内径は48.7mm、肉厚0.84mm、長さ420mm（両端を各々4mm切り落した）であった。

比較例1

幅100mm、厚さ0.13mmの焼成PTFEフィルムを実施例1で用いたと同様な芯体上にハーフラップで3層巻きした後、実施例1と同様に作業して管体を製造したところ、該管体の内壁面には段差ができてしまった。

比較例2

幅50mm、厚さ0.4mmの焼成PTFEフィルムの片面に幅50mm、厚さ0.2mmのPFAフィルムを融着した後、長さ方向に4.0倍延伸して得た複合フィルム（幅50mm、PTFE層の厚さ0.1mm、PFA層の厚さ0.05mm）を用い実施例1と同様に作業したところ、加熱融着時に複合フィルムが破断してクラックが生じ管体を得ることができなかった。

以上の実施例、比較例から明らかなように本発明の方法によれば簡単な操作で内壁面または内外両壁面ともに平坦化され平滑で肉厚均一な管体を得ることができることが判る。

特許出願人 日東電気工業株式会社
代表者 土方三郎